



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number: 10025184

(43)Date of publication of application: 27.01.1998

(51)Int.Cl.

C30B 15/10
// C30B 29/06

(21)Application number: 08179536

(22)Date of filing: 09.07.1996

(71)Applicant:

(72)Inventor:

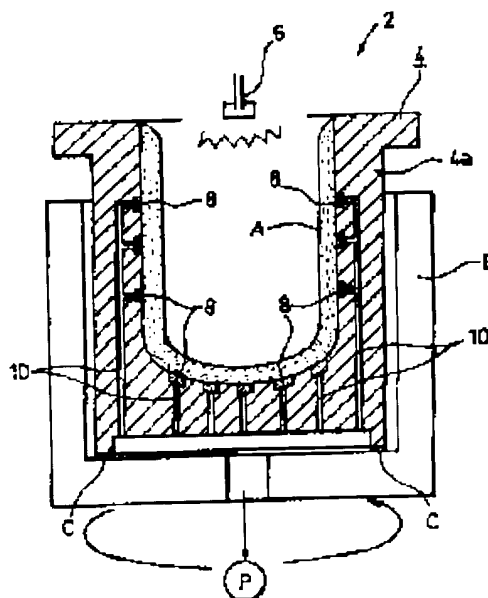
SHINETSU QUARTZ PROD CO LTD
SATO TATSUHIRO
MATSUMURA MITSUO
MIZUNO SHIGEO
WATANABE HIROYUKI

(54) PRODUCTION OF QUARTZ CRUCIBLE AND APPARATUS THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide both an apparatus for producing a quartz crucible, capable of efficiently removing inner foams in the wall body of a quartz crucible and a method for producing the quartz crucible.

SOLUTION: This apparatus for producing a quartz crucible is equipped with a horizontally rotatable hollow mold 4, a depressurizing means (p) for reducing the pressure of the outer periphery of the hollow mold and a heating means 6 for heating the interior of the hollow mold 4. The apparatus has air-permeable members 8 set so as to face the inside of the hollow mold and suction routes 10 which are bored in the interior of the wall body of the hollow mold and have each one end connected to the air-permeable member and each other end communicating with the outer periphery of the hollow mold.



(11)特許出願公開番号

特開平 1 0 - 2 5 1 8 4

(43)公開日 平成10年(1998)1月27日

(51) Int. Cl. ⁶
C30B 15/10
// C30B 29/06

識別記号 序内整理番号

502

F I
C30B 15/10
29/06

502 B

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平8-179536

(22)出願日 平成8年(1996)7月9日

(71)出願人 000190138
信越石英株式会社
東京都新宿区西新宿 1 丁目 2 番 2 号

(72)発明者 佐藤 龍弘
福井県武生市北府 2 丁目 1 番 6 0 号 信
越石英株式会社武生工場内

(72)発明者 松村 光男
福井県武生市北府 2 丁目 1 番 6 0 号 信
越石英株式会社武生工場内

(72)発明者 水野 繁夫
福井県武生市北府 2 丁目 1 番 6 0 号 信
越石英株式会社武生工場内

(74)代理人 弁理士 石原 詔二

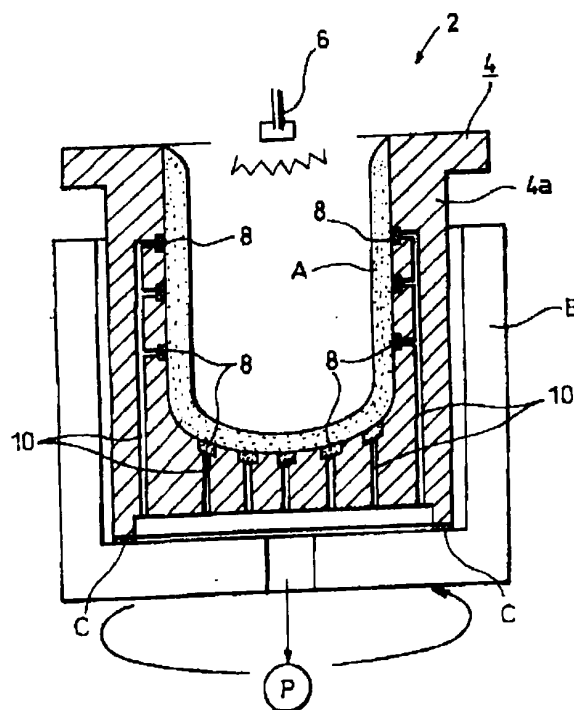
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 石英ルツボの製造装置及び方法

(57) 【要約】

【課題】 石英ルツボの壁体の内部気泡を効率よく除去することを可能とした石英るつぼの製造装置及び方法を提供する。

【解決手段】 水平回転自在な中空型と、該中空型の外周を減圧吸引する減圧吸引手段と、該中空型内を加熱する加熱手段とを具備した石英ルツボの製造装置であつて、該中空型の内面に臨むように設けられた通気性部材と、一端が該通気性部材に接続し他端が該中空型の外周面と連通するように該中空型の壁体内部に穿設された吸引通路とを有する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 水平回転自在な中空型と、該中空型の外周を減圧吸引する減圧吸引手段と、該中空型内を加熱する加熱手段とを具備した石英ルツボの製造装置であって、該中空型の内面に臨むように設けられた通気性部材と、一端が該通気性部材に接続し他端が該中空型の外周面と連通するように該中空型の壁体内部に穿設された吸引通路とを有することを特徴とする石英ルツボの製造装置。

【請求項2】 前記中空型がカーボン質材料によって形成されていることを特徴とする請求項1記載の石英ルツボの製造装置。

【請求項3】 前記通気性部材が前記中空型の内面に均一に多数配設されることを特徴とする請求項1又は2記載の石英ルツボの製造装置。

【請求項4】 前記通気性部材が通気性カーボン質材料によって形成されていることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項記載の石英ルツボの製造装置。

【請求項5】 前記中空型が上部型と下部型とからなり、該上部型と下部型とを接合することによって構成されていることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項記載の石英ルツボの製造装置。

【請求項6】 前記通気性部材及び吸引通路を前記下部型のみに設けたことを特徴とする請求項5記載の石英ルツボの製造装置。

【請求項7】 請求項1～6のいずれか1項記載の装置を用い、回転する前記中空型の内周面に原料石英粉体を投入して石英粉体層を形成し、該石英粉体層をその内周面側から加熱熔融し、該加熱熔融時に該中空型の外面を減圧吸引して該石英粉体層内の内部ガスを前記通気性部材及び吸引通路を介して吸引排気しながら該石英粉体層をルツボ形状に焼結させることを特徴とする石英ルツボの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、石英ルツボの製造装置及び方法に関し、特に単結晶半導体材料、例えばシリコン単結晶の引き上げに用いられる石英ルツボの製造装置及び方法に関する。

【0002】

【従来技術】単結晶半導体材料、例えばシリコン単結晶の製造には、チョクラスキー法（CZ法）と呼ばれる方法が広く採用されている。この方法は多結晶シリコンを容器内で熔融させ、この熔融浴内に種結晶の端部を漬けて回転させながら引き上げるもので、種結晶上に種結晶と同一の結晶方位の単結晶が成長する。この単結晶の引き上げの容器には、石英ルツボが一般的に使用されている。

【0003】この石英ルツボを製造するには、回転可能な中空型に石英粉体を投入して該中空型を回転しながら

石英粉体をアーク放電手段等の加熱手段によって加熱熔融し、遠心力の作用により熔融又は半熔融の石英粉体層を中空型の内周面に押圧してルツボの形状に焼結する方法が知られている。

【0004】上記方法によって製造された石英ルツボの壁体内部には気泡が多数残留する。石英ルツボの壁体には気泡が多いとルツボの強度が低下する上に、石英ルツボの加熱時にルツボ内周面付近の気泡が熱膨張して該内周面を部分的に剥離させ、剥離した石英小片が熔融シリコンに混入して単結晶化率を低下させるという問題があった。

【0005】そこで、内部気泡の少ない石英ルツボが求められ、その製造法として、中空型に充填した石英粉体を減圧下で加熱熔融する方法が知られている（特公昭59-34659号公報）。しかし、この方法によっても石英ルツボの壁体の内部気泡を完全に除去することは困難であった。また、その後も上記した内部気泡を除去するための提案が種々なされたが満足のいく結果を得られないものはなかった。

【0006】一方、近年、引き上げられるシリコン単結晶の大口径化が進むと同時に石英ルツボ並びに石英ルツボ製造用の中空型の大口径化も進行している。大口径の中空型の加工の困難性は、小口径の中空型に比べて格段に増大する。また、中空型の上面は、熱で酸化消耗し易いが、大口径石英ルツボの製造に際しては、石英粉体の熔融時の被爆熱量が増し、かつ製造時間が延長するため、中空型の上面の消耗はさらに促進される。その結果、中空型の全体を交換する頻度が増大し、それだけ製造コストが高くなる欠点がある。

【0007】石英粉体を熔融している時には、中空型の直胴部には、内面から外面へ向けて温度差が生じる。内面が1000℃程度のとき、外面は数100℃と推定される。このような温度差が生じているとき、中空型の外面には、強い引っ張り応力が発生し割れ易くなるという問題があった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記した従来技術の問題点に鑑みなされたもので、石英ルツボの壁体の内部気泡を効率よく除去することを可能とした石英ルツボの製造装置及び方法を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明の石英ルツボの製造装置は、水平回転自在な中空型と、該中空型の外周を減圧吸引する減圧吸引手段と、該中空型内を加熱する加熱手段とを具備した石英ルツボの製造装置であって、該中空型の内面に臨むように設けられた通気性部材と、一端が該通気性部材に接続し他端が該中空型の外周面と連通するように該中空型の壁体内部に穿設された吸引通路とを有することを特徴とする

る。

【0010】前記中空型を形成する材料としては、黒鉛やグラファイト等のカーボン質材料が好適である。

【0011】前記通気性部材は、前記中空型の内面に均一に多数配設されるものである。この通気性部材の配設の方法としては、各々の通気性部材の吸引範囲が交叉しないように配設するのが効率的であり、格子状の交点に通気性部材を配置する他に、吸引効率の観点からは、千鳥状（ジグザグ状）に通気性部材を配置するのが好適である。

【0012】該通気性部材を形成する材料としては、黒鉛やグラファイト等のカーボン質材料が好適である。該通気性部材はガスが透過可能であれば使用可能であり、中空型内のガス透過率よりも大きいガス透過率を有することが必要であるが、好ましいガス透過率は平均圧力 1 kgf/cm^2 で $1 \sim 10 \text{ m}^3/\text{s}$ 程度の範囲である。

【0013】前記中空型としては、上部型と下部型とからなり、該上部型と下部型とを接合することによって構成される、いわゆる2分割型の中空型を用いることもできる。この2分割型の中空型の場合には、中空型の内面と外面との温度差によって生ずる強い引っ張り応力は分散され、中空型の割れが回避される利点がある。

【0014】この2分割型の中空型の場合には、前記通気性部材及び吸引通路は、上部型及び下部型の双方に設けることが可能であるが、この場合上部型と下部型の吸引通路の接続部分の漏れを密封する作業を行なう必要がある。下部型のみに通気性部材及び吸引通路を設けた場合には石英ルツボの上部の気泡の除去効率は多少低下するが、上部型と下部型の接続部分には吸引通路は存在せず、それだけ製造が容易となる利点がある。

【0015】本発明の石英ルツボの製造方法は、上記石英ルツボの製造装置を用い、回転する前記中空型の内周面に原料石英粉体を投入して石英粉体層を形成し、該石英粉体層をその内周面側から加熱熔融し、該加熱熔融時に該中空型の外面を減圧吸引して該石英粉体層内の内部ガスを前記通気性部材及び吸引通路を介して吸引排気しながら該石英粉体層をルツボ形状に焼結させることを特徴とする。該中空型としては、非分割型及び2分割型のいずれもが使用できる。

【0016】

【発明の実施の形態】以下に本発明の1つの実施の形態を添付図面に基いて説明する。図1は本発明の石英ルツボの製造装置の1例を示す縦断面図、図2は同上の横断面図及び図3は図1の要部を示す拡大断面図である。

【0017】図中、2は本発明に係る石英ルツボの製造装置で、水平回転自在な中空型4を有している。該中空型4は、黒鉛又はグラファイト等のカーボン質材料によって形成される。該中空型4は、下図示の回転駆動手段によって水平回転せしめられる。該中空型4の外周は、真空ポンプ等の減圧吸引手段Pに接続され、その外周が

減圧吸引されるようになっている。6は、該中空型4の内面を加熱するための加熱手段、例えばアーク放電手段である。

【0018】8は、通気性部材で、該中空型4の内面に臨むように設けられている。該通気性部材8は、上記中空型4の内面に均一に多数配設されるものである。この通気性部材8の配設方法としては、各々の通気性部材8の吸引範囲が交叉しないように配設するのが効率的であり、格子状の交点に通気性部材8を配置すればよいが、吸引効率の観点からは千鳥状（ジグザグ状）に通気性部材8を配置するのが好適である。

【0019】該通気性部材8は、黒鉛又はグラファイト等の通気性カーボン質材料によって形成されている。10は、該中空型4の壁体4aの内部に穿設された吸引通路である。該吸引通路10の一端は該通気性部材8に接続し、その他端は該中空型4の外周面と連通している。

【0020】Bは、前記中空型4の外周面に設けられた支持枠体で、該支持枠体Bの内底面に配置されたパッキン部材Cを介して該中空型4を支持するものである。

【0021】上記した製造装置を用いて石英ルツボを製造するに際しては、まず前記中空型4を回転しながら原料石英粉体を該中空型4の内周面に投入する。該石英粉体は、回転する中空型4の遠心力の作用により、該中空型4の内周面に押し付けられ、該内周面に沿って堆積し、石英粉体層Aが形成される。

【0022】次に、アーク放電手段等の加熱手段6により、該石英粉体層Aをその内周面側から加熱熔融する。この加熱熔融とともに、該中空型4の外周、図示の例では底部外面を真空ポンプ等の減圧吸引手段Pによって減圧吸引し、該石英粉体層A内の内部ガスを前記通気性部材8及び吸引通路10を介して吸引排気する。

【0023】上記加熱熔融により、石英粉体層Aはその内周面から外表面付近まで次第に熔融し、ルツボ形状に焼結する。

【0024】図示した実施例においては、多数の通気性部材8としては、小円板状部材を多数独立して配設した場合を示したが、長方形状部材、正方形状部材、三角形状部材等を用いることができる他、該中空型4の内周面を一周する環状又はリング状部材を多数配設することも可能である。

【0025】次いで、本発明の別の実施の形態を添付図面に基いて説明する。図4は本発明の石英ルツボの別の例を示す縦断面図、図5は通気性部材の設置状態を示す図4の拡大断面図である。

【0026】図4において、12は石英ルツボ製造用中空型である。該中空型12は上部型14及び下部型16から構成されている。

【0027】該上部型14は円筒壁14aを有し、その下端部には上部接合段部壁18が形成されている。該下部型16は該上部型14の円筒壁14aと同一径を有す

る円筒部16aと該円筒部16aの下部に連設された丸腕状の底部16bとを有している。該円筒壁14aの上端部には下部接合段部壁20が該上部接合段部壁18に当接可能に形成されている。

【0028】36は、通気性部材で、該下部型16の内面に臨むように設けられている。該通気性部材36は、上記下部型16の内面に均一に多数配設されるものである。この通気性部材36の配設方法としては、各々の通気性部材36の吸引範囲が交叉しないように配設するのが効率的であり、格子状の交点に通気性部材36を配置す

ればよいが、吸引効率の観点からは千鳥状（ジグザグ状）に通気性部材36を配置するのが好適である。

【0029】該通気性部材36は、黒鉛又はグラファイト等の通気性カーボン質材料によって形成されている。38は、該下部型16の壁体の内部に穿設された吸引通路である。該吸引通路38の一端は該通気性部材36に接続し、その他端は該下部型16の外周面と連通している。

【0030】図4において、40は本発明に係る石英ルツボの製造装置で、上記した中空型12を有している。該中空型12は、不図示の回転駆動手段によって水平回転せしめられる。該中空型12の外周は、真空ポンプ等の減圧吸引手段Pに接続され、その外周が減圧吸引されるようになっている。42は、該中空型12の内面を加熱するための加熱手段、例えばアーク放電手段である。

【0031】44は、該中空型12の外周面を囲みかつ該中空型12を支持するように設けられた支持枠体である。

【0032】上記した製造装置を用いて石英ルツボを製造するに際しては、まず前記中空型12を回転しながら原料石英粉体を該中空型12の内周面に投入する。該石英粉体は、回転する中空型12の遠心力の作用により、該中空型12の内周面に押し付けられ、該内周面に沿って推積し、石英粉体層46が形成される。

【0033】次に、アーク放電手段等の加熱手段42により、該石英粉体層46をその内周面側から加熱熔融する。この加熱熔融とともに、該中空型12の外周、図示の例では底部外周を真空ポンプ等の減圧吸引手段Pによって減圧吸引し、該石英粉体層46内の内部ガスを前記通気性部材36及び吸引通路38を介して吸引排気す

る。

【0034】上記加熱熔融により、石英粉体層46はその内周面から外表面付近まで次第に熔融し、ルツボ状に掩結する。

【0035】図示した実施の形態においては、多数の通気性部材36としては、小円板状部材を多数独立して配設した場合を示したが、長方形状部材、正方形状部材、

三角形状部材等を用いることができる他、該中空型12の内周面を一周する環状又はリング状部材を多数配設することも可能である。

【0036】図示した例では、下部型16にのみ通気性材料36及び吸引通路38を設けた構成を示したが、上部型14にも通気性材料36及び吸引通路38を形成する構成を採用することも勿論可能である。

【0037】上記別の実施の形態で用いられる中空型12は、上部型14と下部型16とによって2分割可能に構成されているため、材料となるカーボン塊のサイズが小さくて済み、材料の入手が簡単で、製造容易となりカーボン材料の純化も容易に行なうことができる。また、中空型の上部の酸化消耗が進んだ場合、上部型を交換すれば下部型をそのまま継続して使用でき、それだけコストダウンとなる。

【0038】

【発明の効果】以上述べた如く、本発明によれば、石英ルツボの壁体の内部気泡を効率よく除去することができるという大きな効果を奏する。また、本発明は2分割型の中空型に対しても適用可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の石英ルツボの製造装置の一例を示す縦断面図である。

【図2】同上の横断面図である。

【図3】図1の要部を示す摘示断面図である。

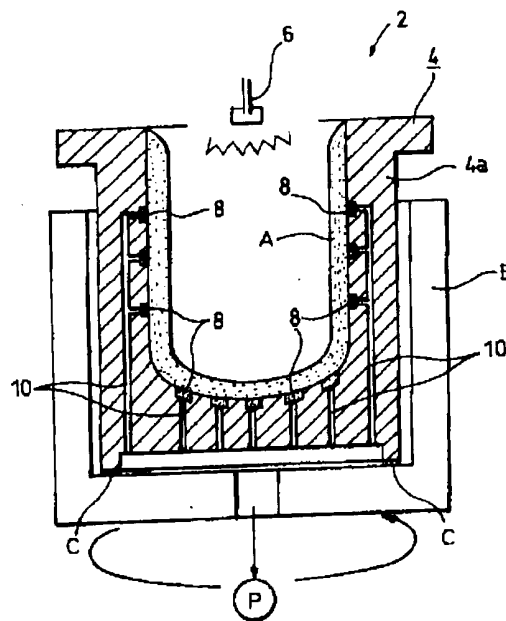
【図4】本発明の石英ルツボの製造装置の別の例を示す縦断面図である。

【図5】通気性部材の設置状態を示す図4の摘示拡大断面図である。

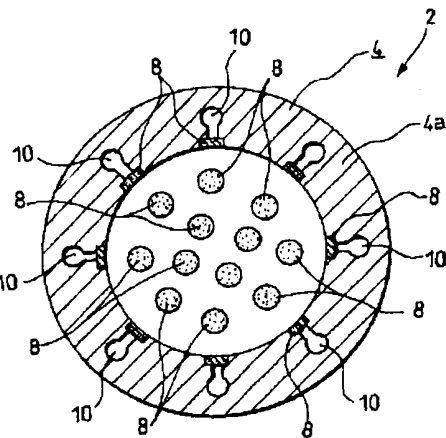
【符号の説明】

- 2, 40 石英ルツボの製造装置
- 4, 12 中空型
- 6, 42 加熱手段
- 8, 36 通気性部材
- 10, 38 吸引通路
- 14 上部型
- 14a 壁体、円筒壁
- 16 下部型
- 16a 円筒部
- 16b 底部
- 18 上部接合段部壁
- 20 下部接合段部壁
- 44, B 支持枠体
- 46, A 石英粉体層
- C パッキン部材
- P 減圧吸引手段

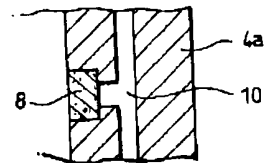
【図 1】



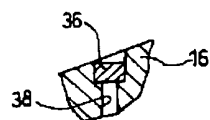
【図 2】



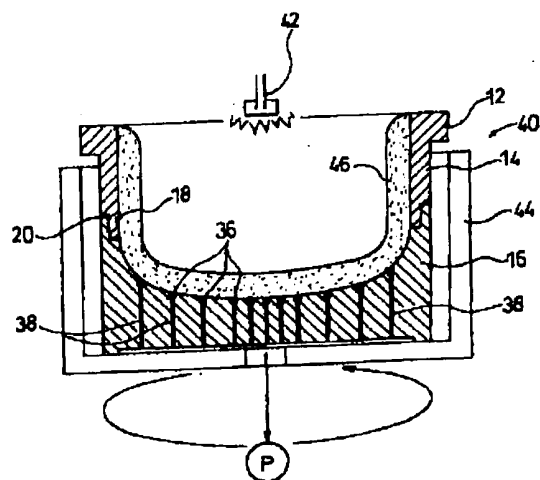
【図 3】



【図 5】



【図 4】



フロントページの続き

(72) 発明者 渡辺 博行
 福井県武生市北府 2 丁目 1 3 番 6 0 号 信
 越石英株式会社武生工場内